

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-258422

(43)Date of publication of application : 09.10.1995

(51)Int.Cl.

C08J 3/12

C08L 23/02

C08L 23/10

(21)Application number : 06-056175

(71)Applicant : UBE REKISEN KK
UBE IND LTD

(22)Date of filing : 25.03.1994

(72)Inventor : KIUCHI MASAYUKI
FUJIMOTO KENJI
IITANI HIDEYUKI
TSURUYA IWAO

(54) SOFT POLYOLEFIN RESIN GRANULE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide soft polyolefin resin granules controlled in the ratio of the average spherical crystal diameter of the central part of the granule to that of the surface layer part, improved in surface adhesiveness, free from the blocking of the granules, etc., during storage, and easy in handling.

CONSTITUTION: In this granule, (A) the ratio of the average spherical crystal diameter at the central part of the granule to the average spherical crystal diameter of the surface layer part is $\leq 10/1$ in the cross-sectional direction of the soft polyolefin resin granule consisting of a composition preferably comprising (i) 20-80wt.% of an amorphous polyolefin and (ii) 80-20wt.% of crystalline polypropylene, and (B) a nucleating agent for crystallization is preferably compound. The granule is obtained by gradually cooling and solidifying the melted soft polyolefin resin by an air-cooling method or a water-cooling method using $\geq 40^\circ \text{C}$ water.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

10.11.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3045365

[Date of registration]

17.03.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-258422

(43)公開日 平成7年(1995)10月9日

| (51)Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|---------|--------|-----|--------|
| C 0 8 J 3/12 | C E S A | | | |
| C 0 8 L 23/02 | | | | |
| 23/10 | L C D | | | |

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平6-56175

(22)出願日 平成6年(1994)3月25日

(71)出願人 592144054

宇部レキセン株式会社

東京都品川区東品川2丁目3番11号 UB
Eビル

(71)出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

(72)発明者 木内 政行

大阪府枚方市中宮北町3番10号 宇部興産
株式会社枚方研究所内

(74)代理人 弁理士 伊藤 克博

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 軟質ポリオレフィン樹脂造粒体およびその製造方法

(57)【要約】

【構成】 軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の断面方向において、造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比が10/1以下である軟質ポリオレフィン樹脂造粒体。

【効果】 本発明の軟質ポリオレフィン樹脂造粒体は表面粘着性が改良され、保管時にブロッキングすることがなく、また成形機のホッパーに投入してもスムーズに落下し、その取扱いが容易である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の断面方向において、造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比が 10/1 以下である軟質ポリオレフィン樹脂造粒体。

【請求項 2】 軟質ポリオレフィン樹脂が非晶性ポリオレフィンを 20～80 重量%、結晶性ポリプロピレンを 80～20 重量%とからなる組成物である請求項 1 に記載の軟質ポリオレフィン樹脂造粒体。

【請求項 3】 軟質ポリオレフィン樹脂に結晶化核剤が配合されている請求項 1 に記載の軟質ポリオレフィン樹脂造粒体。

【請求項 4】 熔融状態の軟質ポリオレフィン樹脂を徐冷固化することを特徴とする請求項 1、2、3 に記載の軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の製造方法。

【請求項 5】 熔融状態の軟質ポリオレフィン樹脂の徐冷固化方法が空冷法または水温 40℃以上の水冷法である請求項 4 に記載の軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は表面粘着性の改良された軟質ポリオレフィン樹脂造粒体およびその製造方法に関する。さらに詳しくは、軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の表面粘着性を改良することにより、造粒体の保管時などにブロッキングしない造粒体およびその製造方法を提供するものである。

【0002】

【従来の技術および問題点】軟質ポリオレフィン樹脂は、可塑剤やモノマーのブリードアウトによる毒性や転移の問題、また焼却時の塩化水素の発生による酸性雨の問題などの社会的要因を抱えた軟質塩化ビニル樹脂の代替材料として用いられ、無公害、柔軟性、機械的強度、透明性などに優れた特長がある。この点から軟質ポリオレフィン樹脂は軟質系フィルム原料、各種ホットメルト樹脂原料などに好ましく用いられている。しかし、軟質ポリオレフィン樹脂は、比較的低分子量の非晶性成分を多量に含有するため、造粒体の表面粘着性が強く、造粒時および造粒体保管時にブロッキングが激しく、保管された造粒体の取出しが困難であり、押出機への供給に支障をきたすなどの問題点があった。このため、造粒体表面に粉末粒子を付着させる方法（特開昭 58-69238 号、特開平 1-317709 号）などが検討されてきた。しかし、これらの方法でも効果が十分でなかったり、造粒体表面に付着させた粉末粒子が造粒体をフィルム、シートなどの成形原料として使用した場合、成形体の透明性などの特性に悪影響を及ぼすなどの問題点があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は軟質ポリオレ

フィン樹脂造粒体の表面粘着性を改良し、造粒体のブロッキングのない軟質ポリオレフィン樹脂造粒体およびその製造方法を提供するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の軟質ポリオレフィン樹脂は、結晶融解熱量が 10～80 Joule/g の範囲にあるものが好ましい。10 Joule/g より小さいと、結晶性が低すぎて、明確な球晶構造をとらなくなる。80 Joule/g より大きいと結晶性が高すぎて、柔軟性に欠け軟質ポリオレフィン樹脂といえなくなる。本発明の軟質ポリオレフィン樹脂は結晶融解熱量が上記範囲になるように、重合段階において一挙に製造してもよいし、実質的に非晶性のポリオレフィンと結晶性ポリオレフィンをブレンドして製造してもよい。重合段階において一挙に製造する方法としては、公知の技術、例えば遷移金属化合物と有機金属化合物とからなる Ziegler-Natta 系触媒によってエチレン、プロピレン、ブテン-1、ペンテン-1、ヘキセン-1、ヘプテン-1、オクテン-1 などの α -オレフィンの単独重合体、共重合体、3元共重合体などを気相、塊状、スラリーおよび溶液下で製造する方法が挙げられる。結晶融解熱量が上記範囲になるように調節する方法としては、これも公知の方法、触媒成分の種類、使用量、電子供与体の添加量、重合温度・圧力などを変更することにより容易に達成される。なお、結晶融解熱量の測定は次のようにして行った。示差走査型熱量計として島津製作所製 DSC-50 を用いサンプル量を約 10 mg、測定雰囲気窒素雰囲気とし、熱量標準としてインジウムを使用して行った。加熱プログラムは、まず試料を 50℃/分の昇温速度で 210℃まで昇温し 210℃で 5 分間放置後、10℃/分の降温速度で -42℃まで冷却し -42℃で 5 分間放置する。その後 20℃/分の昇温速度で -40℃から 200℃まで測定を行った。結晶融解熱量は、試料の完全熔融状態の比熱曲線を低温側に直接外挿して得られる直線をベースラインとして計算した。本発明で用いられる軟質ポリオレフィン樹脂を製造する他の方法である非晶性ポリオレフィンと結晶性ポリオレフィンをブレンドする場合には、非晶性ポリオレフィンと結晶性ポリプロピレンの組成物が好ましく用いられる。上記非晶性ポリオレフィンとは、沸騰 n-ヘプタン不溶分即ち沸騰 n-ヘプタンによるソックスレー抽出不溶分が 70 重量%以下、好ましくは 60 重量%以下のものである。沸騰 n-ヘプタン不溶分が 70 重量%より大きいと、非晶性部分の比率が少なくなり、柔軟性に欠け軟質ポリオレフィンとしての特徴を示さなくなる。非晶性ポリオレフィンは低分子量成分含量の多い数平均分子量 20,000 以下のものが特に好ましく適用される。本発明で用いられる非晶性ポリオレフィンとしては、例えば非晶性ポリプロピレン、非晶性のプロピレンと他の α -オレフィンとの共重合体などを用いることができる。例えば、結晶性

ポリプロピレン製造時に副生するアタクチックポリプロピレンを用いてもよいし、原料から生産して用いてもよい。目的生産する場合、例えば、塩化マグネシウムに担持したチタン担持型触媒とトリエチルアルミニウムを用いて水素の存在下／または水素の不存在下で、原料モノマーを重合して得ることができる。原料供給の安定性および品質の安定性の観点から、目的生産された所定の非晶性ポリオレフィンを使用するのが好ましい。また、該当する好適な市販品があれば、適宜市販品を選択して用いることができる。

【0005】本発明の非晶性ポリオレフィンとして、具体的には、ポリプロピレン、プロピレン・エチレン共重合体、プロピレン・ブテン-1共重合体、プロピレン・ブテン-1・エチレン-3元共重合体、プロピレン・ヘキセン-1・オクテン-1-3元共重合体、プロピレン・ヘキセン-1・4-メチルペンテン-1-3元共重合体、ポリブテン-1などが挙げられる。非晶性ポリオレフィンに配合される結晶性ポリオレフィンとしては、非晶性ポリオレフィンとの相溶性から、結晶性ポリプロピレンが好ましく用いられる。

【0006】本発明に用いられる結晶性ポリプロピレンは、押出成形、射出成形、ブロー成形用などとして通常市販されているポリプロピレンを包含し、沸騰n-ヘプタン不溶性のアイソタクチックポリプロピレンをいう。この場合、プロピレン単体重合体でもよく、また、立体規則性を有するアイソタクチックポリプロピレンと他の α -オレフィンとの共重合体であってもよい。上記結晶性ポリプロピレンは、市販品を用いてもよいし、また製造して用いてもよい。結晶性ポリプロピレンの製造は、特に制限されるものでなく、従来の結晶性ポリプロピレンの製造方法の中から適宜選択して適用することができる。

【0007】また、結晶性ポリプロピレンとの共重合に用いられる α -オレフィンとしては、炭素数2~8の α -オレフィン、例えば、エチレン、ブテン-1、ペンテン-1、ヘキセン-1、ヘプテン-1、オクテン-1などが好ましい。これらの中でも、特に、エチレンまたはブテン-1が好適である。

【0008】本発明において、上記結晶性ポリプロピレンとして、好ましくは、プロピレン単体重合体、エチレン成分を30重量%以下、好ましくは1~25重量%含有するプロピレン・エチレンのランダム共重合体またはブロック共重合体、ブテン-1を20重量%以下含有するプロピレン・ブテン-1のランダム共重合体またはブロック共重合体が挙げられる。結晶性ポリプロピレンは、1種または2種以上を組合わせて用いることができる。

【0009】さらにまた、本発明における非晶性ポリオレフィンおよび／または結晶性ポリプロピレンは、変性したものを使用することができる。上記非晶性ポリオレ

フィンおよび／または結晶性ポリプロピレンを、例えば、アクリル酸、メタアクリル酸、エタアクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸などの不飽和カルボン酸および／またはそれらのエステル、酸無水物、金属塩などのその誘導体を用いて変性して用いることができる。これら変性物のうち、無水マレイン酸、無水イタコン酸により変性されたものが好適に用いられ、より好適には無水マレイン酸により変性されたものが用いられる。

10 【0010】本発明において非晶性ポリオレフィンと結晶性ポリオレフィンの組成物からなる軟質ポリオレフィンの調整方法は、従来から慣用されている方法、例えばニーダー、バンバリーミキサー、ロールなどの混練機、一軸または二軸押出機などを用いて加熱熔融混練して行うことができる。また、軟質ポリオレフィンの調整は、本発明による造粒操作の前にあらかじめ調整されていてもよいし、本発明による造粒操作の際同時に行うこともできる。非晶性ポリオレフィンと結晶性ポリプロピレンの配合は、前記のように結晶融解熱量が10~80 Joule/gの範囲になるよう配合されていればよいが、非晶性ポリオレフィンを20~80重量%、結晶性ポリプロピレンを80~20重量%とからなる組成物であることが特に好ましい。非晶性ポリオレフィンの割合が20重量%より小さいと柔軟性が不足し軟質ポリオレフィンとしての特徴を示さなくなる。非晶性ポリオレフィンの割合が80重量%より大きいと、組成物中の比較的低分子量の非晶性成分の割合が大きくなりすぎ、本発明の方法でも造粒体の表面粘着性を十分改良することができない。

30 【0011】本発明において、軟質ポリオレフィン樹脂中に結晶化核剤が配合されていると、造粒体の表面粘着性改良効果はより大きくなって好ましい。本発明において配合する結晶化核剤としては、有機酸およびその誘導体、ソルビトール誘導体、各種の顔料、無機物の微粉体などが挙げられる。有機酸およびその誘導体、ソルビトール誘導体、各種の顔料、さらに無機物の微粉体であり、これらは単独あるいは複数組み合わせることにより使用される。有機酸およびその誘導体の具体例としては、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、スベリン酸、セバシン酸、サルチル酸、チオグリコール酸、安息香酸、P-イソブチル、P-tert-ブチル安息香酸、ジフェニル酢酸、モノフェニル酢酸、フェニルジメチル酢酸などがある。有機酸の誘導体の具体例としては、安息香酸のナトリウム塩、安息香酸のアルミニウム塩、P-tert-ブチル安息香酸のアルミニウム塩、アジピン酸のカルシウム塩、安息香酸または β -フェニル酢酸のアミン塩、グルタミン酸のナトリウム塩などがある。ソルビトール誘導体としては、ジベンジリデンソルビトール、各種顔料としては、ルチル型チタン、Cdレッド、チャンネルカーボン、酸化鉄、シアニンブル

一、シアニングリーン、ポリアゾエローなどの無機およびフタロシアニン系、キナクリドン系の有機顔料がある。無機物の微粉体としては、タルク、ハイドロタルサイト塩などがある。また、有機酸ないし有機酸塩類と他の化合物との併用したものとして、フタル酸、無水フタル酸とステアリン酸カルシウム、バリウムとの組み合わせたものがある。

【0012】本発明の結晶化核剤の使用量は、軟質ポリオレフィン樹脂に対して0.01~2重量%、好ましくは0.02~1重量%である。0.01重量%より小さいと造粒体の表面粘着性改良効果が小さい。2重量%を越えて配合しても表面粘着性改良効果は変わらず、むしろ結晶化核剤自身のブリードアウトなどの問題を発生したり、コスト高になるため好ましくない。軟質ポリオレフィン樹脂の熔融方法としては、ニーダー、バンバリーミキサー、ロールなどの混練機、一軸または二軸押出機などが挙げられる。結晶性部分を含む軟質ポリオレフィン樹脂を熔融状態から冷却固化させると、軟質ポリオレフィン樹脂は一般的に球晶構造をとる。熔融状態にある軟質ポリオレフィン樹脂を冷却固化して造粒する場合、従来の方法では熔融された軟質ポリオレフィン樹脂は一般的に水温5~30℃の水槽中で冷却固化され造粒されていた。この場合、熔融された軟質ポリオレフィン樹脂は前記温度の冷却水と接触する部分は急速に冷却固化され、直接接触しない部分はそれよりもゆっくりと冷却固化され造粒される。結果として、造粒体の断面方向で見ると、急速に冷却固化された表層部の平均球晶径は小さくなり、それよりもゆっくりと冷却固化された中央部の平均球晶径は大きくなる。偏光顕微鏡または走査型電子顕微鏡観察から求めた従来の方法で造粒された軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の断面方向における造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比は10/1よりも大きい。このような範囲の造粒体中央部と表層部の平均球晶径の比を持つ、球晶径の差が大きい造粒体は、表面粘着性が大きく、造粒体保管時のブロッキングが問題となっていた。原因としては、造粒体の表層部と中央部の平均球晶径の違いにみられるように、造粒体が構造として安定な状態に達していず造粒体製造後保管している間により安定な構造をとろうとする作用により、軟質ポリオレフィン樹脂中の比較的低分子量の非晶性成分が造粒体表面に移行してくることが推定される。このような表面粘着性の大きな軟質ポリオレフィン樹脂造粒体を改良すべく種々検討した結果、造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比が10/1以下、好ましくは5/1以下であれば造粒体の表面粘着性を防止できることを見出し本発明を完成した。造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比が10/1以下であれば、軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の構造は安定な構造となり、造粒体の表面粘着性が改良され造粒体保管時のブロッキングが防止できるものと推定される。このよ

うな平均球晶径の比を持つ軟質ポリオレフィン樹脂の造粒方法としては熔融状態にある軟質ポリオレフィン樹脂を徐冷固化して造粒する方法が挙げられる。この場合、軟質ポリオレフィン樹脂中に結晶化核剤が添加されていると、上記平均球晶径の比をより小さくでき、表面粘着性改良効果がより高くなる。なお、平均球晶径の算出方法は次のようにして行った。軟質ポリオレフィン樹脂造粒体の断面方向とは、最も急冷される表面と最も徐冷される中心とを結ぶ切断面である。例えば、ストランドをカットした円柱状のベレットでは、押出方向に垂直な断面で、その断面はほぼ円形となる。ホットカッティングされた球状のベレットでは肉厚の最も大きな個所の切断面である。測定はこの断面の薄片試料を切り出し、その切片断面を観察試料とした。造粒体断面方向の中央部とは、円形状または楕円状の切片断面の中心から約0.3mm(断面径の1/10以下)の範囲内を示す。断面の表層部とは断面の外周から約0.3mmの範囲内を示す。中央部および表層部からそれぞれ0.1mm角の視野4ヶ所を観察対象とした。球晶径の観察は球晶径の大きさに応じて偏光顕微鏡および/または電子顕微鏡で行い、上記視野内の球晶径の平均値を画像処理して求めた。画像処理では、各球晶を円形に近似してその直径を球晶径とし、4ヶ所の視野内での総平均値を求め平均球晶径とした。熔融状態の軟質ポリオレフィン樹脂の徐冷固化造粒方法としては、例えば一軸または二軸押出機で熔融した場合は、熔融押出物をそのまま空气中で冷却固化した後カットするか、40℃以上の水中でホットカットするか、あるいは40℃以上の水温中で冷却固化したストランドをカットする方法などが挙げられる。この時、ホットカット時の水温およびストランドカット時の水温が40℃より低い場合は十分な徐冷効果が得られず、製造された造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比が10/1よりも大きくなり造粒体の表面粘着性は改善されない。また、表面粘着性の改良効果は冷却水温が高いほどより効果的であるが、軟質ポリオレフィン樹脂の融点に近くなりすぎると固化速度が遅くなりすぎるため好ましくない。また、ニーダー、バンバリーミキサー、ロールなどの混練機で熔融した後、シート状に圧縮し、冷却固化を空气中で行うか、40℃以上の水中に浸漬するかして固化した後、角ベレット状に切断して造粒体を製造することもできる。

【0013】ホットカット(アンダーウォーターカット)法による造粒方法をより詳細に説明すると、押出機より吐出された樹脂は環状に並んだダイス穴から押し出されカッティングチャンバー内で回転刃によりカットされる。カッティングチャンバー内は水循環装置で一定温度に温調された水が配管ラインで循環されており、カッティングチャンバー内でカットされたベレットはこの一定温度で冷却固化されながら搬送される。本発明ではこの時の水温が40℃以上であれば、製造された造粒体の

中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比が10/1以下となり得られたベレットの表面粘着性改良効果大きい。ストランドカット法の場合には、押出機の吐出口より押し出されたストランドは空气中または水槽中で冷却された後、ストランドカッターでカットされベレットが得られる。本発明では、この時のストランドの冷却が空冷かまたは40℃以上の水温に温調された水槽中で冷却されれば、得られたベレットの表面粘着性改良効果大きい。

【0014】

【発明の効果】本発明の軟質ポリオレフィン樹脂造粒体は表面粘着性が改良され、保管時にブロッキングすることがなく、また成形機のホッパーに投入してもスムーズに落下し、その取扱いが容易である。

【0015】

【実施例および比較例】

実施例1

非晶性ポリオレフィンとしてプロピレン・ブテン-1共重合体（商品名 REXTAC RT2780 米国レキセン社製、プロピレン/ブテン-1の重量比が65/35、数平均分子量6500）を用いた。結晶性ポリプロピレン（宇部興産（株）製、商品名 B301H）と非晶性ポリオレフィンを50/50の重量比で熔融混合したものを軟質ポリオレフィン樹脂原料とした。この組成物の前記の方法で測定した結晶融解熱量は34 Joule/gであった。なお、この組成物の沸騰n-ヘプタンによるソックスレー抽出不溶分は32重量%であった。

ソックスレー抽出条件：厚さ約0.5mm²のフィルム*

表 1

| | 軟質ポリオレフィン樹脂組成 非晶性ポリオレフィン/結晶性ポリオレフィン（重量比） | 結晶化剤 の有無 | 冷却条件 | 中央部の平均球晶径/ 表層部の平均球晶径 | ベレットのブロッキング性評価 | | | ベレット落下時間（秒） | | |
|------|---|-------------|-------------|-------------------------|----------------|------|------|-------------|------|--------|
| | | | | | 造粒直後 | 1週間後 | 1ヶ月後 | 造粒直後 | 1週間後 | 1ヶ月後 |
| 実施例1 | 50/50 | 無 | 水冷 水温40℃ | 2.1/1 | ○ | ○ | △ | 1 | 52 | 126 |
| 実施例2 | 50/50 | 無 | 水冷 水温60℃ | 1.4/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 26 | 97 |
| 実施例3 | 50/50 | 無 | 水冷 水温80℃ | 1.2/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 2 | 71 |
| 実施例4 | 50/50 | 無 | 空冷 気温23℃ | 1.2/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 1 | 18 |
| 実施例5 | 50/50 | 無 | 水冷 水温60℃ | 1.5/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 17 | 62 |
| 実施例6 | 50/50 | 無 | 水冷 水温80℃ | 1.2/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 2 | 65 |
| 実施例7 | 60/40 | 無 | 水冷 水温60℃ | 1.8/1 | ○ | ○ | △ | 1 | 34 | 112 |
| 実施例8 | 50/50 | 有 | 水冷 水温40℃ | 1.1/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 40 | 98 |
| 実施例9 | 50/50 | 有 | 水冷 水温80℃ | 1.1/1 | ○ | ○ | ○ | 1 | 1 | 1 |
| 比較例1 | 50/50 | 無 | 水冷 水温30℃ | 12/1 | ○ | △ | × | 3 | 110 | 720秒以上 |
| 比較例2 | 50/50 | 無 | 水冷 水温20℃ | 20/1 | ○ | × | × | 5 | 165 | 720秒以上 |
| 比較例3 | 60/40 | 無 | 水冷 水温30℃ | 22/1 | ○ | × | × | 5 | 180 | 720秒以上 |

* 状細片試料3gに対してn-ヘプタン200mlを注いでソックスレー抽出器により8時間抽出操作して、抽出操作前後の仕込試料重量を基準としてその重量変化から求めた。

スクリー径30mmφの二軸押出機のホッパーより上記軟質ポリオレフィン樹脂原料を供給し、熔融混練した。熔融した軟質ポリオレフィン樹脂原料は、押出機の吐出口より樹脂温度230℃でストランド状に押し出され、水温40℃に温調された冷却槽（長さ2m）に導かれ徐冷固化された後、ストランドカッターで切断してベレット状に造粒した。ベレットは2kg/時間得られた。製造された造粒体の断面方向において、造粒体の中央部の平均球晶径と表層部の平均球晶径の比を前記の方法で求めた。次に得られたベレットを温度40℃の空気雰囲気中（ギヤーオープン）に放置した。次いでベレットを定期的に取り出しベレットのブロッキング状態を観察した。併せて、ベレットを上部開口内径70mmφ、下部開口内径50mmφの円錐台状の紙製の容器に90g充填し、全ベレットが容器から落下するまでの時間を測定した。なお落下時間が短いほどベレットの表面粘着性が少ないことを示す。また、ベレットのブロッキング状態観察結果の表示方法は次の通りである。

○：全くブロッキングなし

△：少しブロッキングしている

×：激しくブロッキングしている

表1にその結果を示す。

【0016】

【表1】

【0017】実施例2～3

冷却槽の水温をそれぞれ60℃、80℃とした以外は実施例1と同様に行った。

【0018】比較例1～2

冷却槽の水温をそれぞれ30℃、20℃とした以外は実施例1と同様に行った。

【0019】実施例4

実施例1と同一の軟質ポリオレフィン樹脂原料を用いた。実施例1と同様な方法・条件で軟質ポリオレフィン樹脂を溶融した後、押出機の吐出口より樹脂温度230℃で押し出されたストランドを空気雰囲気中(気温23℃)で徐冷固化した後ストランドカッターで切断してペレット状に造粒した。実施例1と同一の方法で評価した。

【0020】実施例5

結晶性ポリプロピレン(宇部興産(株)製、商品名 B301H)をスクルー径80mmφの二軸押出機のホッパーより供給した。非晶性ポリオレフィン(商品名 REXTAC RT2780 米国レキセン社製)はブリメルター(大洋技研製)によりあらかじめ温度190℃に溶融した後、搬送パイプを通じて上記二軸押出機の中間開口部より供給した。各供給速度を調節することにより、結晶性ポリプロピレンと非晶性ポリオレフィンを50/50の重量比になるようにした。二軸押出機で溶融混練された上記組成からなる軟質ポリオレフィン樹脂は二軸押出機より樹脂温度230℃で環状に並んだダイス穴から押し出され、水中カットペレタイジングシステム(ゲーラー社製)のカッティングチャンバー内で回転刃によりカットされた。カッティングチャンバー内およびカットされたペレットの搬送ラインには水循環装置により60℃に温調された水が循環されており、カットされたペレットはこの循環水中で徐冷固化されながら搬送*

*され、ドライヤー部で乾燥された後排出され、造粒ペレット80kg/時間が得られた。得られたペレットは実施例1と同じ方法で評価した。

【0021】実施例6

循環水温を80℃とした以外は実施例5と同様に行った。

【0022】実施例7

結晶性ポリプロピレン(宇部興産(株)製、商品名 B301H)と非晶性ポリオレフィン(米国レキセン社製、商品名 REXTAC RT2780)の組成を40/60の重量比になるように溶融混合したものを軟質ポリオレフィン樹脂原料とした。この組成物の結晶融解熱量は27 Joule/gであった。なお、この組成物の沸騰n-ヘプタンによるソックスレー抽出不溶分は26重量%であった。冷却槽の水温を60℃とした以外は実施例1と同様に行った。

【0023】比較例3

冷却槽の水温を30℃とした以外は実施例7と同様に行った。

【0024】実施例8

結晶性ポリプロピレン(宇部興産(株)製、商品名 B301H)と非晶性ポリオレフィン(米国レキセン社製、商品名 REXTAC RT2780)を50/50の重量比になるように配合した軟質ポリオレフィン樹脂に対して結晶化核剤ジベンジリデンソルビトール(イーシー化学(株)製、商品名 EC-1-55)を0.5重量%添加した。それ以外は実施例1と同様に行った。

【0025】実施例9

冷却槽の水温を80℃とした以外は実施例8と同様に行った。

フロントページの続き

(72)発明者 藤本 賢治
大阪府枚方市中宮北町3番10号 宇部興産株式会社枚方研究所内

(72)発明者 飯谷 英之
大阪府枚方市中宮北町3番10号 宇部興産株式会社枚方研究所内

(72)発明者 鶴谷 巖
東京都品川区東品川2丁目3番11号UBEビル5F 宇部レキセン株式会社内